

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-104547

(43) 公開日 平成8年(1996)4月23日

| (51) Int.Cl. <sup>6</sup> | 識別記号  | 序内整理番号    | F I | 技術表示箇所 |
|---------------------------|-------|-----------|-----|--------|
| C 0 3 C 17/36             |       |           |     |        |
| B 3 2 B 9/00              |       | A 9349-4F |     |        |
|                           | 17/06 |           |     |        |
| B 6 0 J 1/00              |       | H         |     |        |
| C 0 3 C 27/06             | 1 0 1 | H         |     |        |

審査請求 未請求 請求項の数6 O L (全 22 頁) 最終頁に続く

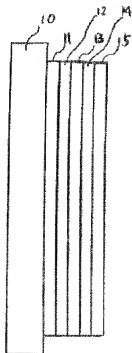
|              |                 |          |  |
|--------------|-----------------|----------|--|
| (21) 出願番号    | 特願平7-185813     | (71) 出願人 | 000004008<br>日本板硝子株式会社<br>大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号 |
| (22) 出願日     | 平成7年(1995)7月21日 | (72) 発明者 | 中井 日出海<br>大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本<br>板硝子株式会社内     |
| (31) 優先権主張番号 | 特願平6-179856     | (72) 発明者 | 副島 亜矢子<br>大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本<br>板硝子株式会社内     |
| (32) 優先日     | 平6(1994)8月1日    | (72) 発明者 | 村田 健治<br>大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本<br>板硝子株式会社内      |
| (33) 優先権主張国  | 日本 (J P)        | (74) 代理人 | 弁理士 大野 精市                                      |
|              |                 | 最終頁に続く   |  |

## (54) 【発明の名称】 断熱ガラス

## (57) 【要約】

【課題】 外観上有彩色の反射色や透過色を呈することのない、きわめて自然な見栄えを維持した断熱ガラスを提供すること。

【解決手段】 ガラス板上に、第一層として金属酸化物膜、第二層としてA gを主成分とする膜、第三層として金属酸化物膜、第四層としてA gを主成分とする膜、第五層として金属酸化物膜この順序で形成し、これらの金属酸化物膜を各層全体としてみれば酸化錫および酸化亜鉛のいずれか一方または双方を主成分とする1または2以上の層からなり、第三層の膜厚が65 nm以上80 nm以下、第二層の膜厚が7 nm以上11 nm未満、第四層の膜厚が11 nmを越えて14 nm以下とした。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ガラス板上に、このガラス板面から順に、第一層として金属酸化物膜が、第二層としてA<sub>g</sub>を主成分とする膜が、第三層として金属酸化物膜が、第四層としてA<sub>g</sub>を主成分とする膜が、第五層として金属酸化物膜が、必要に応じて第六層として保護膜が形成された断熱ガラスにおいて、

前記金属酸化物膜が前記第一層、第三層または第五層の層全体としては酸化錫および酸化亜鉛のいずれか一方または双方を主成分とする1または2以上の層からなり、前記第三層の厚さが65nm以上80nm以下、前記第二層の厚さが7nm以上11nm未満、前記第四層の厚さが11nmを越えて14nm以下であることを特徴とする断熱ガラス。

【請求項2】 前記金属酸化物膜が、酸化錫膜、酸化亜鉛膜、SbおよびPのいずれか一方もしくは双方をドーパした酸化錫膜、A<sub>1</sub>およびGaのいずれか一方もしくは双方をドーパした酸化亜鉛膜またはこれらの膜を2層以上に積層した膜であることを特徴とする請求項1に記載の断熱ガラス。

【請求項3】 前記A<sub>g</sub>を主成分とする層がA<sub>g</sub>層であることを特徴とする請求項1または2に記載の断熱ガラス。

【請求項4】 前記第二層または第四層に接するように1nm以上10nm以下の追加の層を設けたことを特徴とする請求項1～3のいずれか一つに記載の断熱ガラス。

【請求項5】 複数枚のガラス板を隣接するもの同士が互いに離隔した状態でこれらのガラス板の周辺を気密にシールしてガラス板間に乾燥空気を保持するように接着一体化した複層ガラスであって、前記複数枚のガラス板のうちの少なくとも一枚が請求項1～4のいずれか一つに記載の断熱ガラスであり、この断熱ガラスの被膜形成面を前記乾燥空気側に面するように配置したことを特徴とする断熱複層ガラス。

【請求項6】 請求項5に記載の断熱複層ガラスを開口部に設置した断熱複層ガラス窓であって、室外側から見た反射色、室内側から見た反射色および室内側から室外を見た際の透過色がいずれも無彩色であることを特徴とする断熱複層ガラス窓。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、建物や車両の窓ガラスとして利用した場合、可視光線は透過して、赤外線を反射する機能を有し、夏期には日射熱の流入を防止し、冬期には室内からの熱の流出を防止するために赤外線反射膜が被覆された断熱ガラスに関する。さらに詳しくは、そのような断熱ガラスにおいて、赤外線反射膜を被覆することによって、外観上有色の反射色や透過色を呈することのない、自然な見栄えを維持した断熱ガラス

スに関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来のこの種のガラスとしては、ガラス基板上に金属酸化物膜、A<sub>g</sub>膜、金属酸化物膜の三層をこの順序で形成した赤外線反射膜が被覆された断熱ガラスが知られている。このようなガラスにおいて、断熱機能はA<sub>g</sub>膜の有する赤外線反射特性に基づいている。すなわち、A<sub>g</sub>膜を所定の厚みの範囲で用いることにより、可視光線の領域では十分に透明で、窓ガラスとしての必要不可欠な特性を維持しながら、赤外線を高度に反射して、断熱性を確保できるものである。従来のこのような断熱ガラスにおいて、A<sub>g</sub>膜とともに用いられる金属酸化物膜は、A<sub>g</sub>膜を外気環境から遮断して、A<sub>g</sub>膜が腐食するのを防止するとともに、A<sub>g</sub>膜と外気（通常は空気）、あるいはA<sub>g</sub>膜とガラス基板との間の可視光線の反射を抑えて、透過率を高める働きをしている。そして、A<sub>g</sub>膜の厚みと金属酸化物膜の屈折率及び厚みを適当に調整することにより、可視光線の透過率を70%以上という高い値に維持し、十分な透明性を確保することが可能になっていた。

【0003】 近年になって、省エネルギーの観点から、さらに断熱性を高めた窓ガラスが求められるようになってきた。これに対しては、特開昭54-133507号公報、特開昭63-134232号公報に開示されているように、分割された二層のA<sub>g</sub>膜を利用するのが効果的である。A<sub>g</sub>膜を二層に分割して用いることにより、可視光線の透過率を高く維持したまま、赤外線の反射率を高めることができるのである。付加的な効果として、特開昭63-134232号では、金属酸化物膜、A<sub>g</sub>膜、金属酸化物膜、A<sub>g</sub>膜、金属酸化物膜の五層被膜からなる赤外線反射ガラスにおいて、三層被膜からなる赤外線反射ガラスに比べて、赤色ないしは青色の反射色を抑えられることに言及している。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 特開昭54-133507号公報、特開昭63-134232号公報に開示されているように、A<sub>g</sub>膜を二層に分割して、透明金属酸化物との交互積層の5層構成にすることによって、可視光の透過率を高く維持したまま赤外線の反射率を高めることが可能である。しかし、このような従来の技術では、1層のA<sub>g</sub>膜を透明金属酸化物膜で挟んだ3層の赤外線反射膜に比べて、赤外線反射率は大幅に高められてはいるものの、同時に赤外線に近い波長領域の可視光線の反射率を十分に抑えることができていないので、特に赤外線反射膜が形成された側から見た際の反射色が、紫色や赤色になって外観を損ねるという欠点があった。特開昭63-134232号公報では、このような欠点を改善することを試みているが、その手段は、赤色や青色の反射色を打ち消すために、可視光線の中間領域である緑色の反射色を重ね合わせるというものであり、

3

その効果は十分ではなかった。すなわち、特開昭63-134232号公報の中にも記載されているように、赤色や青色の反射色を抑えられても、逆に緑色の反射色が優勢になってしまい、緑色、黄色、オレンジ色の反射色を呈するようになり、反射色調の完全中性化は達成されていない。本発明は、従来技術の有するこのような問題を解決するためになされたものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】上記従来の問題点を解決するために、本発明は、ガラス板上に、順に、第一層として金属酸化物膜が、第二層として銀(Ag)を主成分とする膜が、第三層として金属酸化物膜が、第四層として銀(Ag)を主成分とする膜が、第五層として金属酸化物膜が、必要に応じて第六層として保護膜が形成された断熱ガラスにおいて、前記金属酸化物膜が前記第一層、第三層または第五層の層全体としては酸化鉛および酸化亜鉛のいずれか一方または双方を主成分とする1または2以上の層からなり、前記第三層の厚さが65nm以上80nm以下であり、前記第二層の厚さが7nm以上11nm未満であり、かつ前記第四層の厚さが11nmを越えて(11nmより大きく)14nm以下としたことを特徴とする断熱ガラスを提供するものである。

【0006】

反射色調を無彩色に調整するために、本発明では、Agを主成分とする膜とともに用いる金属酸化物膜を酸化鉛および酸化亜鉛のいずれか一方または双方を主成分とする1または2以上の層からなるものとして限定する。そして、2つに分割して用いるAg膜の主成分とする層に挟まれて用いられる第三層の金属酸化物膜の厚さを65nm以上80nm以下に限定する。さらに、これらの限定に加えて、2つに分割して用いるAg膜のうち、基板に近い第二層のAg膜の厚さを7nm以上11nm未満とし、もう一方の第四層のAg膜の厚さを11nmを越えて14nm以下としている。

【0007】

本発明において、金属酸化物膜の材料を、上記のように限定することは必須である。可視光線透過率を高く維持しながら、赤外線反射率を効果的に高め、かつ透過色と反射色を同時に無彩色に調整するのは、金属酸化物膜として、屈折率の高い酸化鉛および酸化亜鉛のいずれか一方または双方を主成分とする1または2以上の層を用いる以外には不可能であった。例えば、金属酸化物膜として、屈折率の高い酸化チタンを用いた場合は、赤外線の反射率が本発明に比べて10%程度低下してしまう。赤外線反射率を高めようすると、主として赤外線反射膜を形成した側に見た場合の反射色が無彩色からはずれ、黄色の反射色を呈するようになってしまう。その一方、金属酸化物膜として、屈折率の低い酸化珪素を用いた場合は、無彩色の色調を保つことはさらに困難になり、透過色は青緑色を呈し、反射色は顕著なオレンジ色を呈するようになってしまう。

【0008】次に、金属酸化物膜の厚さに関しては、2

4

つに分割して用いるAg膜の間に挟まれる第三層の膜厚の調整が重要であり、透過色と反射色とともに無彩色に保つためには、65nm以上で85nm以下にすることが必須である。第三層の金属酸化物膜の厚さが、この範囲を外れて厚くなってしまうと、緑色、青緑色、紫色といった系統の有色の反射色を呈するようになる。逆に、前記範囲を外れて薄くなってしまうと、赤色から紫色の反射色がきわめて顕著になってしまう。このように、透過色と反射色をともに無彩色に保つためには、第三層の膜厚を65nm以上で85nm以下にすることが必須である。しかしながら、さらに詳細に検討した結果、第三層の膜厚を65nm以上で85nm以下としても、必ずしも反射色を無彩色に調整できないことが見出された。特開昭54-133507号公報では、分割して用いるAg膜の膜厚を、11nm以上25nm以下の範囲にすることが記載されているが、Ag膜の膜厚をこのような範囲に限定すると、赤外線の反射率を容易に高めることができるものの、可視光線の透過率が減少してしまうことは避けがたく、可視光線の透過率を高く維持しながら、透過色と反射色を無彩色に調整しようとしても、不可能であった。われわれの研究の結果、透過色と反射色を無彩色に調整しようすると、Ag膜の膜厚は限りなく11nmに近い値にせざるを得ず、そのような場合でも、赤外線反射膜が形成された側の反射色は、顕著な青色を呈してしまうことがわかった。次に、特開昭63-134232号公報では、Ag層の膜厚を6nm以上11nm以下に調整することが記載されている。このような範囲に限定することによって、高い可視光線透過率は容易に達成できるが、5層構成にしたことによって赤外線反射率を高めるという効果を十分に発揮させるには、5層の各膜厚を適切に調整しなければならない。しかしながら、われわれの研究によれば、2つのAg層の膜厚を、6nm以上11nm以下に限定することでは、透過色と反射色を無彩色に調整することができないことがわかった。透過色と反射色を最も無彩色に調整した場合でも、赤外線反射膜を形成した側の反射色は青色ないしは緑色を呈してしまうのである。さらに、色調を無彩色に調整しようすると、赤外線の反射率が、10%程度も低下してしまうという欠点も生じた。逆に、赤外線の反射率を高く維持したまま、透過色と反射色を無彩色に保とうとしても、赤外線反射膜を形成した側の反射色の青色ないしは緑色が強まってしまう結果となった。

【0009】本発明では、特に上記のような問題点を解決するために、2つに分割して用いるAgを主成分とする層のうち、基板に近い側に形成される第二層の膜厚を6nm以上11nm未満に調整するとともに、もう一方の第四層の膜厚を、11nmを越えて17nm以下に調整している。2つのAg層の膜厚をこのように調整した場合にのみ、高い可視光線の透過率と赤外線の反射率を

5

維持したまま、透過色と反射色を無彩色にすることが可能になる。

【0010】本発明では2つのA<sub>g</sub>層の膜厚について、基板に近い側と、もう一方を、11nmを境に異なる厚みに調整しているが、基板に近い側が1nm以上11nm未満と相対的に薄く、もう一方が11nmを超えて14nm以下と相対的に厚い。この関係は、本発明に必須であって、この相対関係が逆転した場合、透過色と反射色を無彩色に調整することはない。

【0011】以上のように、本発明によれば、赤外線反射膜を構成する5層被膜の内、透明金属酸化物膜材料とその膜厚及び2つのA<sub>g</sub>層の膜厚が適正に調整されているので、高い可視光線透過率と赤外線反射率を維持したまま、透過色、赤外線反射膜が形成された側の反射色、赤外線反射膜が形成されていない側の反射色のいずれをも無彩色に保つように作用する。

【0012】尚、以下、透過色等の無彩色の程度がハンター色度座標で $-4 < a^* < 4$ および $-4 < b^* < 4$ である程度にまで保たれている状態を「ニュートラル」ということがある。

【0013】

【発明の実施の形態】本発明に係る断熱ガラスの各層を形成する方法については、特に制限はないが、後述の実施例に示すようにスパッタリング法が一般的である。

【0014】上記金属酸化物膜は、酸化錫および酸化亜鉛のいずれか一方または双方を主成分とする1または2以上の層からなり、その金属酸化物膜全体としてみたときに酸化錫、酸化亜鉛または酸化錫と酸化亜鉛を主成分としていばよい。すなわち、酸化錫および酸化亜鉛以外の金属酸化物、金属鹽化物、金属酸鹽化物等が本発明の効果を阻害しない程度に上記第一層、第三層または第五層に添加されたものはこれらの層の一部を構成する層を形成していても構わない。

【0015】上記金属酸化物層は、好ましくは、酸化錫膜、酸化亜鉛膜、SbおよびFのいずれか一方もしくは双方をドープした酸化錫膜、AlおよびGaのいずれか一方もしくは双方をドープした酸化亜鉛膜またはこれらの膜を2層以上に積層した膜である。

【0016】上記A<sub>g</sub>を主成分とする膜は、A<sub>g</sub>膜の他、適宜、AgにPd、Au、In、Zn、Sn、Al、Cu等他の金属を添加したものでよい。

【0017】本発明による赤外線反射を構成する多層被膜は、上述のように、金属酸化物膜が多層であってもよく、密着な意味で5層である必要はない。また、本発明においては、必要に応じて、上記第五層の上に重ねて第六層として保護層を設けてもよい。この保護層としては、酸化チタン、窒化珪素等を用いることができる。さらに、本発明においては、必要に応じて、上記第二層または第四層に接するように1〜10nmの追加の層を設けてもよい。この追加の層としては、金属ないし金属酸

6

物、具体的には、チタン、亜鉛、亜鉛/銅合金またはこれらの酸化物等を用いることができる。この追加の層は、被膜の耐熱性向上等に効果があり、第二層または第四層の上に接して設けた場合には、これらの層を構成するA<sub>g</sub>の成膜工程における酸化を防止する効果をも奏するものである。

【0018】本発明においては、断熱ガラスの耐久性を向上させるとともに、断熱性をさらに高めるために、2枚のガラス板の間に、スペーサーを介して乾燥空気層を保持するように構成された複層ガラスとして用いてもよい。この場合は、赤外線反射膜が乾燥空気側に面するように構成することが好ましい。すなわち、室外側透明ガラス板の乾燥空気側または室内側透明ガラス板の乾燥空気側に上記赤外線反射膜を有する複層ガラスとすることによって、耐久性の高い断熱ガラスであって、かつ室外側から見た際の反射色、室内側から見た際の反射色および室内側から室外を見た際の透過色が、いずれも無彩色に保たれた複層断熱ガラスを提供することができる。また、必要に応じてガラス板を3枚以上用いる複層ガラスとしてもよい。

【0019】尚、本発明の第一層および第五層の膜厚は、それぞれ25〜50nmの範囲内とするのが好ましい。

【0020】

【実施例】図1は、本発明の一実施例の模式的断面図でガラス基板10の上に透明金属酸化物膜11、13、15とA<sub>g</sub>膜12、14とが被覆されている。図2は、本発明の他の実施例の模式的断面図で、透明金属酸化物膜21、23、25とA<sub>g</sub>膜22、24とが被覆されたガラス基板20とガラス基板30とがスペーサー40とブチルゴム50によりそれらの四周で接着され、内部60には乾燥空気が封入されている。

【0021】実施例1

予備排気室とスパッタ室からなるインライン式スパッタリング装置を用いて赤外線反射膜を成膜した。スパッタ室には2つのカソードが用意されている。1つのカソードには金属Snを、もう1つのカソードには金属Agをターゲットとしてセットした。Snターゲットがロータリーポンプ及びクライオポンプで $5 \times 10^{-4}$ Pa以下まで排気した。洗浄した5mm厚の無色透明のフロートガラスを予備排気室に入れた。0.3Pa以下に排気した。そして、ガラス基板をスパッタ室に移した。スパッタ室にArガス50SCCMと酸素ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Snターゲットが偏らされたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3Aに調節した（電圧は約490Vであった）。このターゲットの上を、ガラス基板を、4.97mm/minの速度で通過させることにより、36.2nmの厚みの酸化銅膜を第一層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$ Paまで排気した後、Ar

7

ガス100SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Agターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を1Aに調節した(電圧は約475Vであった)。このターゲットの上を、ガラス基板を3125mm/minの速度で通過させることにより、8.0nmの厚みのAg膜を第二層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$ Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Snターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を0.7Aに調節した(電圧は約363Vであった)。このターゲットの上を、ガラス基板を9750mm/minの速度で通過させて、1nmの厚みの金属錫膜を形成した(この非常に薄い金属錫膜は、次に酸化錫膜を形成する際に、Ag膜の表面が酸化するのを防止するために形成するものであって、この非常に薄い金属Sn膜自体も、次に酸化錫膜を形成する際に、酸化されて酸化錫に変化することがわかっている)。次に、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$ Paまで排気した後、Arガス50SCCMと酸素ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Snターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を245mm/minの速度で通過させることにより、73.3nmの厚みの酸化錫膜を第三層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$ Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Agターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を1Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を2120mm/minの速度で通過させることにより、11.8nmの厚みのAg膜を第四層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$ Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Snターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を0.7Aに調節した。このターゲット

8

の上を、ガラス基板を9750mm/minの速度で通過させて、1nmの厚みの金属錫膜を形成した(この非常に薄い金属錫膜も、次に酸化錫膜を形成する際に、Ag膜の表面が酸化するのを防止するために形成するものであって、酸化錫膜を形成する際に、同様に酸化されて酸化錫膜に変化する)。次にスパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$ Paまで排気した後、Arガス50SCCMと酸素ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Snターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を584mm/minの速度で通過させることにより、30.8nmの厚みの酸化錫膜を第五層として形成した。

【0022】このようにして得られた断熱ガラスの構成を、表1に示す。この断熱ガラスの種々の光学特性を分光光度計を用いて測定した結果を、表2に示した。標準光源において、可視光線透過率は81.2%と非常に高い値であるにもかかわらず、日射光透過率は48.4%と非常に低い値を示し、効果的に赤外線が遮断されていた。透過色は、L\*a\*b\*表色系で、a\*値が-2.1、b\*値が-1.7と無色透明であった。赤外線反射膜が形成された側の可視光線反射率は、わずか4.8%と低い値であり、ざらつきは全くなかった。日射光反射率は35.0%にも達し、非常に効果的に赤外線を反射していることがわかった。反射色は、L\*a\*b\*表色系で、a\*値が0.3、b\*値が0.2と全くの無色であった。赤外線反射膜が形成されていない側の可視光線反射率は、わずか4.9%と低い値であり、ざらつきは全くなかった。日射光反射率は24.0%にも達していた。反射色は、L\*a\*b\*表色系で、a\*値が-1.1、b\*値が0.4とやはり全くの無色であった。このように、高い可視光線透過率と赤外線反射率を維持したまま、透過色と反射色を無彩色でニュートラルに調整した断熱ガラスを得ることができた。

【0023】

【表1】

表1

| 実施例 | 基板ガラス             |                  | 第一層    |     | 第二層 |  | 膜構成              |        | 第五層              |
|-----|-------------------|------------------|--------|-----|-----|--|------------------|--------|------------------|
|     |                   |                  |        |     |     |  | 第三層              | 第四層    |                  |
| 1   | 5mm厚透明<br>フロートガラス | SnO <sub>2</sub> | Ag     |     |     |  | SnO <sub>2</sub> | Ag     | SnO <sub>2</sub> |
|     |                   | 36.2nm           | 8.0nm  |     |     |  | 73.3nm           | 11.8nm | 30.8nm           |
| 2   | 5mm厚透明<br>フロートガラス | SnO <sub>2</sub> | Ag     | ZnO |     |  | SnO <sub>2</sub> | Ag     | SnO <sub>2</sub> |
|     |                   | 35.3nm           | 8.1nm  | 1nm |     |  | 72.6nm           | 12.0nm | 30.9nm           |
| 3   | 5mm厚透明<br>フロートガラス | ZnO              | Ag     |     |     |  | ZnO              | Ag     | ZnO              |
|     |                   | 33.8nm           | 8.0nm  |     |     |  | 73.3nm           | 11.9nm | 32.6nm           |
| 4   | 5mm厚透明<br>フロートガラス | SnO <sub>2</sub> | Ag     | ZnO |     |  | SnO <sub>2</sub> | Ag     | SnO <sub>2</sub> |
|     |                   | 32.8nm           | 7.1nm  | 1nm |     |  | 71.5nm           | 11.2nm | 31.4nm           |
| 5   | 5mm厚透明<br>フロートガラス | SnO <sub>2</sub> | Ag     | ZnO |     |  | SnO <sub>2</sub> | Ag     | SnO <sub>2</sub> |
|     |                   | 35.4nm           | 10.5nm | 1nm |     |  | 73.7nm           | 13.9nm | 30.2nm           |
| 6   | 5mm厚透明<br>フロートガラス | SnO <sub>2</sub> | Ag     | ZnO |     |  | SnO <sub>2</sub> | Ag     | SnO <sub>2</sub> |
|     |                   | 39.4nm           | 10.9nm | 1nm |     |  | 76.3nm           | 13.9nm | 33.4nm           |
| 7   | 5mm厚透明<br>フロートガラス | SnO <sub>2</sub> | Ag     | ZnO |     |  | SnO <sub>2</sub> | Ag     | SnO <sub>2</sub> |
|     |                   | 28.2nm           | 8.1nm  | 1nm |     |  | 64.1nm           | 11.6nm | 29.0nm           |
| 8   | 5mm厚透明<br>フロートガラス | SnO <sub>2</sub> | Ag     | ZnO |     |  | SnO <sub>2</sub> | Ag     | SnO <sub>2</sub> |
|     |                   | 31.7nm           | 7.7nm  | 1nm |     |  | 78.5nm           | 11.1nm | 35.0nm           |
| 9   | 5mm厚透明<br>フロートガラス | SnO <sub>2</sub> | Ag     | ZnO |     |  | SnO <sub>2</sub> | Ag     | SnO <sub>2</sub> |
|     |                   | 36.3nm           | 10.3nm | 1nm |     |  | 74.0nm           | 13.9nm | 30.4nm           |

【0024】

\* \* 【表2】

表2

| 実施例 | 可視光透過率 | 日射光透過率 | 透過色  |      | 膜面反射率 |      | ガラス面反射率 |      | ガラス面反射率 |      |
|-----|--------|--------|------|------|-------|------|---------|------|---------|------|
|     |        |        | a*   | b*   | a*    | b*   | a*      | b*   | a*      | b*   |
| 1   | 81.2%  | 48.4%  | -2.1 | -1.7 | 4.8%  | 0.3  | 0.2     | 4.9% | 1.1     | 0.4  |
| 2   | 81.3%  | 48.2%  | -2.6 | -1.9 | 4.6%  | 0.2  | 1.5     | 4.8% | -0.7    | 0.6  |
| 3   | 77.6%  | 46.6%  | -2.6 | -1.3 | 4.1%  | -0.2 | 1.5     | 4.7% | -0.9    | 0.0  |
| 4   | 82.2%  | 50.3%  | -2.5 | -1.4 | 4.6%  | 0.7  | 1.8     | 4.9% | 0.3     | -0.4 |
| 5   | 78.3%  | 42.1%  | -3.4 | -2.7 | 4.8%  | 0.2  | -0.4    | 5.1% | -0.8    | 0.3  |
| 6   | 79.2%  | 42.8%  | -3.1 | -2.6 | 4.1%  | -2.3 | -2.0    | 4.9% | -0.1    | -0.2 |
| 7   | 80.6%  | 46.7%  | -2.9 | -1.9 | 4.4%  | 0.7  | -0.1    | 4.8% | 0.5     | -0.1 |
| 8   | 82.6%  | 52.0%  | -2.2 | -1.5 | 4.7%  | -2.2 | 3.3     | 5.1% | 1.1     | -0.8 |
| 9   | 78.1%  | 42.6%  | -3.4 | 2.6  | 4.7%  | 0.3  | -0.4    | 5.0% | -0.8    | 0.3  |

## 【0025】実施例2

実施例1と同様のインライン式スパッタリング装置を用いて赤外線反射膜を成膜した。スパッタ室には3つのカソードが用意されている。第1のカソードには金属Snを、第2のカソードには金属Znを、第3のカソードには金属Agをターゲットとしてセットした。スパッタ室はロータリーポンプ及びクライオポンプで $5 \times 10^{-4}$  Pa以下まで排気した。洗浄した5mm厚の無色透明のフロートガラスを予備排気室に入れて0.3Pa以下に排気した。そして、ガラス基板をスパッタ室に移した。スパッタ室にArガス50SCCMと酸素ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Snターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を510mm/minの速度で通過させることにより、35.3nmの厚みの酸化錫膜を\*50

\*第一層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Agターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を1Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を3086mm/minの速度で通過させることにより、8.1nmの厚みのAg膜を第二層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を0.6Aに調節した（電圧は約483Vであった）。このターゲットの上を、ガラス基板を7500mm/minの速度で通過させて、1nmの厚みの金属亜鉛膜を形成した（この非常に薄い金属亜鉛膜は、次に酸化錫膜を形成する際に、Ag膜の表面が酸化

13

するのを防止するために形成するものであって、次に酸化錫膜を形成する際に、酸化されて酸化亜鉛に変化することがわかっていゝ。次に、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス50 SCCMと酸素ガス50 SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Snターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を248 mm/minの速度で通過させることにより、7.2 nmの厚みの酸化錫膜を第三層として形成した(但し、1 nmの厚みの酸化亜鉛膜が、Ag膜と酸化錫膜の間に形成されている)。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス100 SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Agターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を1 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を2083 mm/minの速度で通過させることにより、12.0 nmの厚みのAg膜を第四層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス100 SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を0.6 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を7500 mm/minの速度で通過させて、1 nmの厚みの金属亜鉛膜を形成した(この非常に薄い金属亜鉛膜も、次に酸化錫膜を形成する際に、Ag膜の表面が酸化するのを防止するために形成するものであって、酸化錫膜を形成する際に、同様に酸化されて酸化亜鉛膜に変化する)。次に、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス50 SCCMと酸素ガス50 SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Snターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を583 mm/minの速度で通過させることにより、30.9 nmの厚みの酸化錫膜を第五層として形成した(但し、1 nmの厚みの酸化亜鉛膜が、Ag膜と酸化錫膜の間に形成されている)。

【0026】このようにして得られた断熱ガラスの構成を、表1に示す。この断熱ガラスの種々の光学特性を分光光度計を用いて測定した結果を、表2に示した。標準C光源において、可視光線透過率は81.3%と非常に高い値であるにもかかわらず、日射光透過率は48.2%と非常に低い値を示し、効果的に赤外線が遮断されていた。透過色は、a\*b\*表色系で、a\*値が-2.6、b\*値が-1.9と無色透明であった。赤外線反射膜が形成された側の可視光線反射率は、わずか4.6%と低い値であり、ぎらつきは全くなかった。日射光反射率は35.1%にも達し、非常に効果的に赤外線を反射していることがわかった。反射色は、a\*b\*表色系で、a\*値が

14

0.2、b\*値が1.5とニュートラルであった。赤外線反射膜が形成されていない側の可視光線反射率は、わずか4.8%と低い値であり、ぎらつきは全くなかった。日射光反射率は24.1%にも達していた。反射色は、a\*b\*表色系で、a\*値が-0.7、b\*値が0.6とやはり全くの無色であった。このように、高い可視光線透過率と赤外線反射率を維持したまま、透過色と反射色を完全な無色に調整した断熱ガラスを得ることができた。なお、本実施例においては、第三層と第五層の酸化錫の一部(1 nm程度)が酸化亜鉛で置き換えられた構成であるが、酸化錫と酸化亜鉛の光学性質が近似しているため、熱線反射膜の特性に影響を及ぼすものではなかった。

#### 【0027】実施例3

実施例1と同様のインライン式スパッタリング装置を用いて赤外線反射膜を成膜した。スパッタ室には2つのカソードが用意されている。1つのカソードには金属Znを、もう1つのカソードには金属Agをターゲットとしてセットした。スパッタ室はロータリーポンプ及びクライオポンプで $5 \times 10^{-4}$  Pa以下まで排気した。洗浄した5 mm厚の無色透明のフロートガラスを予備排気室に入れて0.3 Pa以下に排気した。そして、ガラス基板をスパッタ室に移した。スパッタ室にArガス50 SCCMと酸素ガス50 SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3 Aに調節した(電圧は約410 Vであった)。このターゲットの上を、ガラス基板を364 mm/minの速度で通過させることにより、33.8 nmの厚みの酸化錫膜を第一層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス100 SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Agターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を1 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を3125 mm/minの速度で通過させることにより、8.0 nmの厚みのAg膜を第二層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス100 SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を0.6 Aに調節した。このターゲットの上をガラス基板を7500 mm/minの速度で通過させて、1 nmの厚みの金属亜鉛膜を形成した。次に、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス50 SCCMと酸素ガス50 SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を134 mm/minの速度で通過させることにより、73.3 nmの厚みの酸化亜鉛膜を第三



15

層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Agターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を1 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を2100 mm/minの速度で通過させることにより、11.9 nmの厚みのAg膜を第四層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を0.6 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を7500 mm/minの速度で通過させて、1 nmの厚みの金属亜鉛膜を形成した（この非常に薄い金属亜鉛膜も、次に酸化亜鉛膜を形成する際に、Ag膜の表面が酸化するのを防止するために形成するものであって、酸化亜鉛膜を形成する際に、同様に酸化されて酸化亜鉛膜に変化する）。次に、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス50SCCMと酸素ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を378 mm/minの速度で通過させることにより、32.6 nmの厚みの酸化亜鉛膜を第五層として形成した。

【0028】このようにして得られた断熱ガラスの構成を、表1に示す。この断熱ガラスの種々の光学特性を分光光度計を用いて測定した結果を、表2に示した。標準C光源において、可視光線透過率は7.6%と非常に高い値であるにもかかわらず、日射光透過率は46.0%と非常に低い値を示し、効果的に赤外線が遮断されていた。透過色は、 $L^*a^*b^*$ 表色系で、 $a^*$ 値が-2.6、 $b^*$ 値が-1.3とニュートラルであった。赤外線反射膜が形成された側の可視光線反射率は、わずか4.1%

16

と低い値であり、ぎらつきは全くなかった。日射光反射率は34.5%にも達し、非常に効果的に赤外線を反射していることがわかった。反射色は、 $L^*a^*b^*$ 表色系で、 $a^*$ 値が-0.2、 $b^*$ 値が1.5と全くの無色であった。赤外線反射膜が形成されていない側の可視光線反射率も、わずか4.7%と低い値であり、ぎらつきは全くなかった。日射光反射率は23.7%にも達していた。反射色は、 $L^*a^*b^*$ 表色系で、 $a^*$ 値が-0.9、 $b^*$ 値が0.0とやはりニュートラルで全くの無彩色であった。このように、高い可視光線透過率と赤外線反射率を維持したまま、透過色と反射色を完全な無彩色に調整した断熱ガラスを得ることができた。

【0029】実施例4—実施例9

実施例2と同様の方法で、第二層ないし第四層の膜厚を、本発明で限定した範囲内で変更した場合に得られた断熱ガラスの膜構成と光学特性を、それぞれ、表1と表2にまとめて示した。いずれの断熱ガラスも、高い可視光線の透過率を維持しながら、効果的に赤外線を遮蔽し、かつ、透過色、反射色のいずれも、ニュートラルに調整できた。

【0030】実施例10—実施例12

実施例1—実施例3により得た断熱ガラスを、一枚のガラスとし、もう一枚の透明板ガラス（市販の厚さ5 mmのプロットと組み合わせて、複層断熱ガラスとした。具体的には、2枚のガラスの周辺にアルミニウム製スペーサーをセットし、6 mmの間隔をあけて重ね合わせた。スペーサーの中には乾燥剤が封入されており、内部の空気を乾燥させる。スペーサーの周囲に接着剤（ブチルゴム）を充填して強固に接着した。いずれの例でも、赤外線反射膜を形成した側の面が、スペーサー側になるようにした。これら実施例で得られた複層断熱ガラスの構成と、光学特性結果をそれぞれ表3と表4に示した。

【0031】

【表3】

表3

| 実施例 | 複層断熱ガラスの構成 |                |      |                |
|-----|------------|----------------|------|----------------|
|     | 室内側        | 第一のガラス         | 空気層  | 第二のガラス 室外側     |
| 10  |            | 実施例1に記載した断熱ガラス | 6 mm | 5 mm厚透明フロートガラス |
| 11  |            | 実施例2に記載した断熱ガラス | 6 mm | 5 mm厚透明フロートガラス |
| 12  |            | 5 mm厚透明フロートガラス | 6 mm | 実施例3に記載した断熱ガラス |

【0032】

\* \* 【表4】

表4

| 実施例 | 可視光透過率 | 日射光透過率 | 透過色 a* b* | 室外側反射率 | 室外側反射色 a* b* | 室内側反射率 | 室内側反射色 a* b* |
|-----|--------|--------|-----------|--------|--------------|--------|--------------|
|     | 透過率    | 透過率    | a* b*     | 反射率    | a* b*        | 反射率    | a* b*        |
| 10  | 75.7%  | 43.5%  | -3.6 -1.6 | 8.4%   | -0.2 -0.4    | 7.7%   | -1.8 -0.7    |
| 11  | 75.6%  | 43.4%  | -3.6 -1.7 | 8.2%   | -0.5 0.3     | 7.6%   | -1.7 -0.5    |
| 12  | 72.4%  | 41.4%  | -3.7 -1.2 | 7.9%   | 0.3 0.5      | 7.2%   | -1.6 -0.8    |

【0033】実施例10は、実施例1に記載した断熱ガラスを室内側のガラスとして用いた複層断熱ガラスの例である。赤外線反射膜を形成した側が、スペーサーで囲まれた6 mm厚の空気層に面している。高い可視光線透過率を維持しながら、日射光透過率を低く抑え、かつ透過色、室外側反射色及び室内側反射色のいずれもが、きわめてニュートラルな無彩色に保たれていることがわかる。実施例11は、実施例2に記載した断熱ガラスを室内側のガラスとして用いた複層断熱ガラスの例である。赤外線反射膜を形成した側が、スペーサーで囲まれた6 mm厚の空気層に面している。実施例10と同様に、高い可視光線透過率を維持しながら、日射光透過率を低く抑え、かつ透過色、室外側反射色及び室内側反射色のいずれもが、ニュートラルに保たれていることがわかる。実施例12は、実施例3に記載した断熱ガラスを室外側※50

※のガラスとして用いた複層断熱ガラスの例である。赤外線反射膜を形成した側が、スペーサーで囲まれた6 mm厚の空気層に面している。実施例10及び11と同様に、高い可視光線透過率を維持しながら、日射光透過率を低く抑え、かつ透過色、室外側反射色及び室内側反射色のいずれもが、きわめてニュートラルな無彩色に保たれていることがわかる。

## 【0034】実施例13

実施例1と同様のインライン式スパッタリング装置を用いて赤外線反射膜を成膜した。スパッタ室には3つのカソードが用意されている。第1のカソードには金属Snを、第2のカソードにはZnOにAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を2重量%添加した焼結体(ZnO:Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)を、さらに第3のカソードには金属Agをターゲットとしてセットした。スパッタ室はロータリーポンプ及びクライオポンプで5×

19

10<sup>-4</sup> Pa以下まで排気した。洗浄した5mm厚の無色透明のフロートガラスを予備排気室に入れて0.3 Pa以下に排気した。そして、ガラス基板をスパッタ室に移した。スパッタ室にArガス98SCCMと酸素ガス2SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。ZnO:A1<sub>2</sub>O<sub>3</sub>ターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を6 Aに調節した(電圧は約560 V)。このターゲットの上を、ガラス基板を1508 mm/minの速度で通過させることにより、31.6 nmの厚みのZnO:A1<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を第一層として形成した。次いで、スパッタ室を再び5×10<sup>-4</sup> Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Agターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を1 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を3125 mm/minの速度で通過させることにより、8.0 nmの厚みのAg膜を第二層として形成した。次いで、スパッタ室を再び5×10<sup>-4</sup> Paまで排気した後、Arガス98SCCM、O<sub>2</sub>ガス2SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。ZnO:A1<sub>2</sub>O<sub>3</sub>ターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を0.6 Aに調節した(電圧は約560 Vであった)。このターゲットの上を、ガラス基板を2383 mm/minの速度で通過させて、20.0 nmの厚みのZnO:A1<sub>2</sub>O<sub>3</sub>膜を形成した。次いで、スパッタ室を再び5×10<sup>-4</sup> Paまで排気した後、Arガス50SCCMと酸素ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Snターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3 Aに調節した(電圧は490 Vであった)。このターゲットの上を、ガラス基板を521 mm/minの速度で通過させることにより、34.5 nmの厚みの酸化錫膜を第三層として形成した。次いで、スパッタ室を再び5×10<sup>-4</sup> Paまで排気した後、Arガス98SCCM、O<sub>2</sub>ガス2SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。ZnO:A1<sub>2</sub>O<sub>3</sub>ターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を6 Aに調節した(電圧は560 Vであった)。このターゲットの上を、ガラス基板を2383 mm/minの速度で通過させることにより、20.0 nmの厚みのZnO:A1<sub>2</sub>O<sub>3</sub>膜を形成した。次いで、スパッタ室を再び5×10<sup>-4</sup> Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Agターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を1 Aに調節した(電圧は475 Vであった)。このターゲットの上を、ガラス基板を1923 mm/minの速度で通過させて、13.0 nmの厚みのAg膜を第四層として形成した。次に、スパッタ室を再び5×10<sup>-4</sup> Paまで排気した後、Arガス98

20

SCCMとO<sub>2</sub>ガス2SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。ZnO:A1<sub>2</sub>O<sub>3</sub>ターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を6 Aに調節した(電圧は560 Vであった)。このターゲットの上を、ガラス基板を2326 mm/minの速度で通過させることにより、20.5 nmの厚みのZnO:A1<sub>2</sub>O<sub>3</sub>膜を第五層として形成した。

【0035】このようにして得られた断熱ガラスの構成を、表5に示す。この断熱ガラスの種々の光学特性を分光光度計を用いて測定した結果を、表6に示した。標準C光源において、可視光線透過率は73.4%と非常に高い値であるにもかかわらず、日射光透過率は39.4%と非常に低い値を示し、効果的に赤外線が遮断されていた。透過色はa\*b\*表色系で、a\*値が-3.8、b\*値が-1.3と無色透明であった。赤外線反射膜が形成された側の可視光線反射率は、11.8%と低い値であり、ぎらつきはなかった。日射光反射率は45.1%にも達し、非常に効果的に赤外線を反射していることがわかった。反射色はL\*a\*b\*表色系で、a\*値が2.8、b\*値が3.6とニュートラルであった。赤外線反射膜が形成されていない側の可視光線反射率も、8.9%と低い値であり、ぎらつきは全くなかった。日射光反射率は30.1%にも達していた。反射色は、L\*a\*b\*表色系で、a\*値が-1.8、b\*値が0.1とやはり無色であった。このように、高い可視光線透過率と赤外線反射率を維持したまま、透過色と反射色をニュートラルで完全に無彩色に調整した断熱ガラスを得ることができた。

【0036】

【表5】

21

| 実施例 | 第1層      |        |     | 第2層    |     |        | 第3層         |      |        | 第4層    |        |     | 第5層    |             |      | 第6層    |             |      |
|-----|----------|--------|-----|--------|-----|--------|-------------|------|--------|--------|--------|-----|--------|-------------|------|--------|-------------|------|
|     | 透光ガラス    | 透光膜    | 透光膜 | 透光膜    | 透光膜 | 透光膜    | 透光膜         | 透光膜  | 透光膜    | 透光膜    | 透光膜    | 透光膜 | 透光膜    | 透光膜         | 透光膜  | 透光膜    | 透光膜         | 透光膜  |
| 13  | 70-15 72 | 31.6nm | Ag  | 8.0nm  | Ag  | 20.0nm | ZnO : Al2O3 | ScO2 | 24.5nm | 20.0nm | 13.0nm | Ag  | 20.5nm | ZnO : Al2O3 | ScO2 | 20.5nm | ZnO : Al2O3 | ScO2 |
| 14  | 70-15 72 | 35.8nm | Ag  | 9.0nm  | Ag  | 10.0nm | ZnO         | ScO2 | 25.6nm | 12.4nm | 1.0nm  | Ag  | 27.3nm | ZnO : Al2O3 | ScO2 | 27.3nm | ZnO : Al2O3 | ScO2 |
| 15  | 70-15 72 | 36.0nm | Ag  | 10.0nm | Ag  | 10.0nm | ZnO         | ScO2 | 28.9nm | 14.4nm | 1.0nm  | Ag  | 17.8nm | ZnO : Al2O3 | ScO2 | 17.8nm | ZnO : Al2O3 | ScO2 |
| 16  | 70-15 72 | 22.2nm | Ag  | 7.0nm  | Ag  | 10.0nm | ZnO : Al2O3 | ScO2 | 61.8nm | 13.5nm |        |     | 10.9nm | ZnO : Al2O3 | ScO2 | 10.9nm | ZnO : Al2O3 | ScO2 |

22

| 実施例 | 可視光透過率 | 日射透過率 | 透過色  |      | 前面反射率 | 前面反射色 |     | ガラス面反射率 | ガラス面反射色 |      |
|-----|--------|-------|------|------|-------|-------|-----|---------|---------|------|
|     |        |       | a    | b    |       | a     | b   |         | a       | b    |
| 13  | 73.4   | 39.4  | -3.8 | -1.3 | 11.8  | 2.8   | 3.6 | 8.9     | -1.8    | 0.1  |
| 14  | 77.3   | 41.2  | -3.7 | -0.9 | 8.2   | 2.1   | 1.9 | 5.7     | -1.1    | 0.4  |
| 15  | 76.2   | 39.4  | -3.7 | -1.1 | 5.3   | -0.7  | 0.9 | 5.4     | -0.2    | -0.9 |
| 16  | 71.9   | 38.8  | -3.6 | -1.2 | 13.9  | 1.2   | 3.4 | 10.2    | -1.4    | -3.6 |

10

20

30

【0037】  
【表6】

## 【0038】実施例14

- 40 実施例1と同様のインライン式スパッタリング装置を用いて赤外線反射膜を成膜した。スパッタ室には3つのカソードが用意されている。第1のカソードには金属Snを、第2のカソードには金属Tiを、さらに第3のカソードには金属Agをターゲットとしてセットした。スパッタ室はロータリーポンプ及びクライオポンプで5×10<sup>-1</sup>Pa以下まで排気した。洗浄した5mm厚の無色透明のフロントガラスを予備排気室に入れて0.3Pa以下に排気した。そして、ガラス基板をスパッタ室に移した。スパッタ室にArガス50SCCMと酸素ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Sn

ターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3Aに調節した(電圧は約490Vであった)。このターゲットの上を、ガラス基板を506mm/minの速度で通過させることにより、35.6nmの厚みのSnO<sub>2</sub>を第一層として形成した。次いで、スパッタ室を再び5×10<sup>-4</sup>Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Agターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を1Aに調節した(電圧は475Vであった)。このターゲットの上を、ガラス基板を2778mm/minの速度で通過させることにより、0.0nmの厚みのAg膜を第二層として形成した。次いで、スパッタ室を再び5×10<sup>-4</sup>Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Tiターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を0.6Aに調節した(電圧は約287Vであった)。このターゲットの上を、ガラス基板を977mm/minの速度で通過させて、1.0nmの厚みのTi膜を形成した(この非常に薄い金属チタン膜は、次に酸化銅を形成する際に酸化されて酸化チタンになることがわっている)。次いで、スパッタ室を再び5×10<sup>-4</sup>Paまで排気した後、Arガス50SCCMと酸素ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Snターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3Aに調節した(電圧は約490Vであった)。このターゲットの上を、ガラス基板を500mm/minの速度で通過させることにより、75.6nmの厚みの酸化銅膜を第三層として形成した。次いで、スパッタ室を再び5×10<sup>-4</sup>Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Agターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流は475Vであった)。このターゲットの上を、ガラス基板を1923mm/minの速度で通過させることにより、13.0nmの厚みのAg膜を第4層として形成した。次いで、スパッタ室を再び5×10<sup>-4</sup>Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Tiターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を0.6Aに調節した(電圧は287Vであった)。このターゲットの上を、ガラス基板を977mm/minの速度で通過させて、1.0nmの厚みのTi膜を形成した(この非常に薄い金属チタン膜は、次に酸化銅を形成する際に酸化されて酸化チタンになることがわっている)。次に、スパッタ室を再び5×10<sup>-4</sup>Paまで排気した後、Arガス50SCCMとO<sub>2</sub>ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Snターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電

力を供給して放電を起こし、電流を3Aに調節した(電圧は490Vであった)。このターゲットの上を、ガラス基板を659mm/minの速度で通過させることにより、27.3nmの厚みのSnO<sub>2</sub>膜を第五層として形成した。

【0039】このようにして得られた断熱ガラスの構成を表5に、この断熱ガラスの種々の光学特性を分光光度計を用いて測定した結果を表6に示した。

#### 【0040】実施例15

実施例1と同様のインライン式スパッタリング装置を用いて赤外線反射膜を成膜した。スパッタ室には4つのカソードが用意されている。第1のカソードには金属Snを、第2のカソードには金属Tiを、第3のカソードには金属Agを、さらに第4のカソードには金属Znをターゲットとしてセットした。スパッタ室はロータリーポンプ及びクライオポンプで5×10<sup>-4</sup>Pa以下まで排気した。洗浄した5mm厚の無色透明のフロートガラスを予備排気室に入れて0.3Pa以下に排気した。そして、ガラス基板をスパッタ室に移した。スパッタ室にArガス50SCCMと酸素ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Snターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3Aに調節した(電圧は約490Vであった)。このターゲットの上を、ガラス基板を500mm/minの速度で通過させることにより、36.0nmの厚みのSnO<sub>2</sub>を第一層として形成した。次いで、スパッタ室を再び5×10<sup>-4</sup>Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Agターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を1Aに調節した(電圧は475Vであった)。このターゲットの上を、ガラス基板を2500mm/minの速度で通過させることにより、10.0nmの厚みのAg膜を第二層として形成した。次いで、スパッタ室を再び5×10<sup>-4</sup>Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を0.6Aに調節した(電圧は483Vであった)。このターゲットの上を、ガラス基板を7500mm/minの速度で通過させて、1.0nmの厚みのZn膜を形成した(この非常に薄い金属亜鉛膜は、次に酸化銅を形成する際に酸化されて酸化亜鉛になることがわっている)。次いで、スパッタ室を再び5×10<sup>-4</sup>Paまで排気した後、Arガス50SCCMと酸素ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。金属Snターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3Aに調節した(電圧は490Vであった)。このターゲットの上を、ガラス基板を228mm/minの速度で通過させることにより、78.9nmの厚みの酸化銅膜を第

25

三層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Agターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を1 Aに調節した（電圧は475 Vであった）。このターゲットの上を、ガラス基板を1786 mm/minの速度で通過させることにより、14.0 nmの厚みのAg膜を第4層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を0.6 Aに調節した（電圧は483 Vであった）。このターゲットの上を、ガラス基板を7500 mm/minの速度で通過させて、1.0 nmの厚みのZn膜を形成した（この非常に薄い金属亜鉛膜は、次に酸化銅を形成する際に酸化されて酸化亜鉛になることがわかっている）。次に、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス50SCCMとO<sub>2</sub>ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Snターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3 Aに調節した（電圧は490 Vであった）。このターゲットの上を、ガラス基板を1011 mm/minの速度で通過させることにより、17.8 nmの厚みのSnO<sub>2</sub>膜を第五層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、O<sub>2</sub>ガス100SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。金属Tiターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を8 Aに調節した（電圧は436 Vであった）。このターゲットの上を、ガラス基板を202 mm/minの速度で通過させることにより、9.9 nmの厚みのTiO<sub>2</sub>膜を形成した。

【0041】このようにして得られた断熱ガラスの構成を表5に、この断熱ガラスの種々の光学特性を分光光度計を用いて測定した結果を表6に示した。

#### 【0042】実施例16

実施例13と同様の方法で、各層の膜厚を、本発明で限定した範囲内で変更して断熱ガラスを作製した。その膜構成と光学特性を表5と表6に併せて示した。

【0043】以上の実施例においては、透過色、反射色の無彩色の程度がいずれもハンター色度座標で $-4 < a^* < 4$ および $-4 < b^* < 4$ である程度にまで保たれ、ニュートラルな外観を得ることができた。また、 $-2 < a^* < 2$ および $-2 < b^* < 2$ である程度にまで無彩色化することも可能であった。

#### 【0044】比較例1

実施例2と同様のインライン式スパッタリング装置を用いて赤外線反射膜を成膜した。スパッタ室には3つのカソードが用意されている。第1のカソードには金属Sn

26

を、第2のカソードには金属Znを、第3のカソードには金属Agをターゲットとしてセットした。スパッタ室はロータリーポンプ及びクライオポンプで $5 \times 10^{-4}$  Pa以下まで排気した。洗浄した5 mm厚の無色のフロートガラスを予備排気室に入れて0.3 Pa以下に排気した。そして、ガラス基板をスパッタ室に移した。スパッタ室にArガス50SCCMと酸素ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Snターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を560 mm/minの速度で通過させることにより、32.1 nmの厚みの酸化銅膜を第一層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Agターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を1 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を3125 mm/minの速度で通過させることにより、8.0 nmの厚みのAg膜を第二層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を0.6 Aに調節した。このターゲットの上をガラス基板を7500 mm/minの速度で通過させて、1 nmの厚みの金属亜鉛膜を形成した。次にスパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス50SCCMと酸素ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Snターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を267 mm/minの速度で通過させることにより、67.5 nmの厚みの酸化銅膜を第三層として形成した（但し、1 nmの厚みの酸化亜鉛膜が、Ag膜と酸化銅膜の間に形成されている）。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Agターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を1 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を3125 mm/minの速度で通過させることにより、8.0 nmの厚みのAg膜を、第四層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を0.6 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を7500 mm/minの速度で通過させて、1 nmの厚みの金属亜鉛膜を形成した。次に、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス50SCCMと酸素ガス50SCCM

27

を導入し、圧力を0.3Paに調節した。Snターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を44mm/minの速度で通過させることにより、40.5nmの厚みの酸化錫膜を第五層として形成した(但し、1nmの厚みの酸化亜鉛膜が、Ag膜と酸化錫膜の間に形成されている)。

【0045】このようにして得られた断熱ガラスの構成を、表7に示す。この断熱ガラスは特開昭63-134232号公報に記載された望ましい実施形態を代表するものであって、第二層と第四層のAg層の厚みはどちらも11nm以下に調整されている。このようにして得られた断熱ガラスの種々の光学特性を分光光度計を用いて測定した結果を、表8に示した。標準C光源において、可視光線透過率は80.8%と非常に高い値であったが、日射光透過率は54.7%と本発明の実施例に比べて高い値を示し、赤外線線の遮断性能が劣っていることがわかった。透過色はL\*a\*b\*表色系で、a\*値が-2.0、b\*値が-0.6と無色透明であった。赤外線反射膜が形成された側の可視光線反射率は、7.5%で実施

28

例より高い値であった。日射光反射率は26.7%で、これも実施例に比べて劣っていることがわかった。反射色はL\*a\*b\*表色系で、a\*値が-2.1、b\*値が-4.2とほぼ無彩色であったが、若干反射率が高いこととあいまって、やや青緑色を呈していた。赤外線反射膜が形成されていない側の可視光線反射率も、8.2%とやや高い値であり、少しではあるがざらつき感があった。日射光反射率は20.9%でやや不十分な値であった。反射色はL\*a\*b\*表色系で、a\*値が1.5、b\*値が-0.5と無彩色であった。このように、特開昭63-134232号公報に基づいて得られる断熱ガラスでは、透過色調と反射色調をニュートラルに保つたまま、可視光線透過率を高く維持しようとすると、赤外線反射率を十分に高くすることができず、また反射率も若干ではあるが高くなるため、赤外線反射膜を形成した側の反射色がやや青緑色を呈した断熱ガラスとなってしまうことがわかった。

【0046】

【表7】

| 比較例 | 膜構成               |                            |              |            |                            |              |            |                            |
|-----|-------------------|----------------------------|--------------|------------|----------------------------|--------------|------------|----------------------------|
|     | 基板ガラス             | 第一層                        | 第二層          | 第三層        | 第四層                        | 第五層          | 第六層        | 第七層                        |
| 1   | 5nm厚透明<br>フロートガラス | SnO <sub>2</sub><br>32.1nm | Ag<br>8.0nm  | ZnO<br>1nm | SnO <sub>2</sub><br>67.5nm | Ag<br>8.0nm  | ZnO<br>1nm | SnO <sub>2</sub><br>40.5nm |
| 2   | 5nm厚透明<br>フロートガラス | SnO <sub>2</sub><br>28.6nm | Ag<br>8.8nm  | ZnO<br>1nm | SnO <sub>2</sub><br>59.3nm | Ag<br>9.9nm  | ZnO<br>1nm | SnO <sub>2</sub><br>37.9nm |
| 3   | 5nm厚透明<br>フロートガラス | SnO <sub>2</sub><br>35.7nm | Ag<br>11.2nm | ZnO<br>1nm | SnO <sub>2</sub><br>65.2nm | Ag<br>11.1nm | ZnO<br>1nm | SnO <sub>2</sub><br>33.7nm |
| 4   | 5nm厚透明<br>フロートガラス | ZnO<br>36.3nm              | Ag<br>11.0nm |            | ZnO<br>70.0nm              | Ag<br>13.4nm |            | ZnO<br>33.4nm              |
| 5   | 5nm厚透明<br>フロートガラス | TiO <sub>2</sub><br>35.5nm | Ag<br>9.6nm  | ZnO<br>1nm | TiO <sub>2</sub><br>75.7nm | Ag<br>8.1nm  | ZnO<br>1nm | TiO <sub>2</sub><br>34.0nm |
| 6   | 5nm厚透明<br>フロートガラス | SiO <sub>2</sub><br>35.5nm | Ag<br>9.3nm  | ZnO<br>1nm | SiO <sub>2</sub><br>76.1nm | Ag<br>8.0nm  | ZnO<br>1nm | SiO <sub>2</sub><br>34.6nm |
| 7   | 5nm厚透明<br>フロートガラス | SnO <sub>2</sub><br>36.2nm | Ag<br>8.0nm  |            | SnO <sub>2</sub><br>64.0nm | Ag<br>11.8nm |            | SnO <sub>2</sub><br>30.8nm |
| 8   | 5nm厚透明<br>フロートガラス | SnO <sub>2</sub><br>36.2nm | Ag<br>8.0nm  |            | SnO <sub>2</sub><br>81.0nm | Ag<br>11.8nm |            | SnO <sub>2</sub><br>30.8nm |
| 9   | 5nm厚透明<br>フロートガラス | SnO <sub>2</sub><br>36.2nm | Ag<br>6.0nm  |            | SnO <sub>2</sub><br>73.3nm | Ag<br>11.8nm |            | SnO <sub>2</sub><br>30.8nm |
| 10  | 5nm厚透明<br>フロートガラス | SnO <sub>2</sub><br>36.2nm | Ag<br>8.0nm  |            | SnO <sub>2</sub><br>73.3nm | Ag<br>15.0nm |            | SnO <sub>2</sub><br>30.8nm |
| 11  | 5nm厚透明<br>フロートガラス | SnO <sub>2</sub><br>30.8nm | Ag<br>11.8nm |            | SnO <sub>2</sub><br>73.3nm | Ag<br>8.0nm  |            | SnO <sub>2</sub><br>36.2nm |

【0047】

\* \* 【表8】



| 比較<br>例 | 3 1        |            |              | 3 2        |                |           | 3 2            |           |                |
|---------|------------|------------|--------------|------------|----------------|-----------|----------------|-----------|----------------|
|         | 可視光<br>透過率 | 日射光<br>透過率 | 透過色<br>a* b* | 膜 面<br>反射率 | 膜面反射色<br>a* b* | 膜面<br>反射率 | 膜面反射色<br>a* b* | 膜面<br>反射率 | 膜面反射色<br>a* b* |
| 1       | 80.8%      | 54.7%      | -2.0 -0.6    | 7.5%       | -2.1 -4.2      | 8.2%      | 1.5 -0.5       |           |                |
| 2       | 79.5%      | 48.5%      | -2.5 -0.8    | 5.9%       | -1.7 -7.9      | 7.8%      | 0.6 -0.4       |           |                |
| 3       | 78.0%      | 44.1%      | -2.6 -1.8    | 5.4%       | -2.9 -7.8      | 7.4%      | -0.8 1.5       |           |                |
| 4       | 74.6%      | 40.3%      | -3.0 -2.3    | 4.0%       | -4.6 -1.2      | 5.3%      | -1.5 1.5       |           |                |
| 5       | 80.3%      | 50.0%      | -1.3 -2.7    | 10.6%      | -1.7 5.1       | 9.1%      | 1.5 -1.5       |           |                |
| 6       | 64.4%      | 36.6%      | -8.4 -8.7    | 14.1%      | 21.2 21.1      | 17.3%     | 14.7 19.7      |           |                |
| 7       | 81.4%      | 47.8%      | -4.4 -3.9    | 3.8%       | 16.9 32.7      | 2.8%      | 15.1 22.5      |           |                |
| 8       | 84.2%      | 51.1%      | -2.4 -1.7    | 3.3%       | 0.6 4.8        | 2.5%      | -5.2 0.8       |           |                |
| 9       | 82.7%      | 52.4%      | -2.6 -3.5    | 5.0%       | 5.0 28.9       | 4.1%      | 0.4 18.6       |           |                |
| 10      | 76.6%      | 43.1%      | -4.5 -5.1    | 8.3%       | 10.3 22.4      | 6.1%      | 6.2 12.8       |           |                |
| 11      | 82.1%      | 49.5%      | -2.8 -3.5    | 3.6%       | -0.9 14.2      | 4.4%      | 3.1 22.3       |           |                |

## 【0048】比較例2

実施例2と同様のインライン式スパッタリング装置を用いて赤外線反射膜を成膜した。スパッタ室には3つのカソードが用意されている。第1のカソードには金属Snを、第2のカソードには金属Znを、第3のカソードには金属Agをターゲットとしてセットした。スパッタ室はロータリーポンプ及びクライオポンプで $5 \times 10^{-4}$  Pa以下まで排気した。洗浄した5mm厚の無色透明のフロートガラスを予備排気室に入れて0.3 Pa以下に排気した。そして、ガラス基板をスパッタ室に移した。スパッタ室にArガス50SCCMと酸素ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Snターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3 Aに調節した。このターゲット50

\*トの上を、ガラス基板を629mm/minの速度で通過させることにより、28.6nmの厚みの酸化鉛膜を第一層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Agターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を1 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を2840mm/minの速度で通過させることにより、8.8nmの厚みのAg膜を第二層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を0.6 Aに調節した。このターゲット

の上を、ガラス基板を7500mm/minの速度で通過させて、1nmの厚みの金属亜鉛膜を形成した。次に、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$ Paまで排気した後、Arガス50SCCMと酸素ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Snターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を304mm/minの速度で通過させることにより、5.9.3nmの厚みの酸化鉛膜を第三層として形成した(但し、1nmの厚みの酸化亜鉛膜が、Ag膜と酸化鉛膜の間に形成されている)。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$ Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Agターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を1Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を2525mm/minの速度で通過させることにより、9.9nmの厚みのAg膜を第四層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$ Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を0.6Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を7500mm/minの速度で通過させて、1nmの厚みの金属亜鉛膜を形成した。次に、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$ Paまで排気した後、Arガス50SCCMと酸素ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Snターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を475mm/minの速度で通過させることにより、37.9nmの厚みの酸化鉛膜を第五層として形成した(但し、1nmの厚みの酸化亜鉛膜が、Ag膜と酸化鉛膜の間に形成されている)。

【0049】このようにして得られた断熱ガラスの構成を、表7に示す。この断熱ガラスも、特開昭63-134232号公報に記載された望ましい実施形態を代表するものであって、第二層と第四層のAg層の厚みはどちらも11nm以下に調整されている。このようにして得られた断熱ガラスの種々の光学特性を分光光度計を用いて測定した結果を表8に示す。標準光源において、可視光線透過率は79.5%と非常に高い値を維持しながら、日射光透過率は48.5%と低い値に抑えることができ、効果的に赤外線を遮断できていることがわかった。透過色は、L\*a\*b\*表色系で、a\*値が-2.5、b\*値が-0.8と無色透明であった。赤外線反射膜が形成された側の可視光線反射率は、5.9%で低い値であり、ざらつき感は無かった。日射光反射率は33.8%と高い値であった。しかしながら反射色は、L\*a\*b\*表色系で、a\*値が-1.7、b\*値が-7.9と、目だつ青色

を呈していた。赤外線反射膜が形成されていない側の可視光線反射率も、7.8%と実施例に比べてやや高い値であった。日射光反射率は25.6%で、効果的に赤外線を遮断していた。反射色は、L\*a\*b\*表色系で、a\*値が0.6、b\*値が-0.4と全くの無色であった。このように、特開昭63-134232号に基づいて得られる断熱ガラスでは、高い可視光線透過率を高く維持したまま、赤外線反射率を十分に高くしようとすると、赤外線反射膜を形成した側の反射色が目だつ青色を呈してしまうことがわかった。

#### 【0050】比較例3

実施例2及び比較例1、2と同様のインライン式スパッタリング装置を用いて赤外線反射膜を成膜した。最終的に、ガラス基板の上に、第一層として35.7nmの酸化鉛膜を、第二層として11.2nmの厚みのAg膜を、(1nmの酸化亜鉛膜を介して)第三層として65.2nmの厚みの酸化鉛膜を、第四層として11.1nmの厚みのAg膜を、(1nmの酸化亜鉛膜を介して)第五層として33.7nmの厚みの酸化鉛膜を形成した。5層被膜からなる赤外線反射膜が形成された断熱ガラスを得た。この断熱ガラスは、特開昭54-133507号公報に記載された望ましい実施形態を代表するものであって、第二層と第四層のAg層の厚みはどちらも11nm以上に調整されている。

【0051】このようにして得られた断熱ガラスの種々の光学特性を分光光度計を用いて測定した結果を、表8に示す。標準光源において、可視光線透過率は78.0%と非常に高い値を維持しながら、日射光透過率を44.1%と低い値に抑えることができ、効果的に赤外線を遮断できていることがわかった。透過色は、L\*a\*b\*表色系で、a\*値が-2.6、b\*値が-1.8と無色透明であった。赤外線反射膜が形成された側の可視光線反射率は、5.4%と低い値であり、ざらつき感は無かった。日射光反射率は38.1%と高い値であった。しかしながら反射色は、L\*a\*b\*表色系で、a\*値が-2.9、b\*値が-7.8と、目だつ青色を呈していた。赤外線反射膜が形成されていない側の可視光線反射率も、7.4%と実施例に比べてやや高い値であった。日射光反射率は28.4%で、効果的に赤外線を遮断していた。反射色は、L\*a\*b\*表色系で、a\*値が-0.8、b\*値が1.5と全くの無彩色であった。このように、特開昭54-133507号公報に基づいて得られる断熱ガラスでは、高い可視光線透過率を高く維持したまま、赤外線反射率を十分に高くしようとすると、赤外線反射膜を形成した側の反射色が目だつ青色を呈してしまうことがわかった。

#### 【0052】比較例4

実施例3と同様のインライン式スパッタリング装置を用いて赤外線反射膜を成膜した。スパッタ室には2つのカソードが用意されている。1つのカソードには金属Zn

35

を、もう1つのカソードには金属Agをターゲットとしてセットした。スパッタ室はロータリーポンプ及びクライオポンプで $5 \times 10^{-4}$  Pa以下まで排気した。洗浄した5mm厚の無色透明のフロートガラスを予備排気室に入れて0.3 Pa以下に排気した。そして、ガラス基板をスパッタ室に移した。スパッタ室にArガス50SCCMと酸素ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を33.9 mm/minの速度で通過させることにより、36.3 nmの厚みの酸化亜鉛膜を第一層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Agターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を1 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を22.73 mm/minの速度で通過させることにより、11.0 nmの厚みのAg膜を第二層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を0.6 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を750.0 mm/minの速度で通過させて、1 nmの厚みの金属亜鉛膜を形成した。次に、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス50SCCMと酸素ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を16.2 mm/minの速度で通過させることにより、76.0 nmの厚みの酸化亜鉛膜を第三層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Agターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を1 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を18.66 mm/minの速度で通過させることにより、13.4 nmの厚みのAg膜を第四層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を0.6 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を750.0 mm/minの速度で通過させて、1 nmの厚みの金属亜鉛膜を形成した。次に、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス50SCCMと酸素ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、

36

直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を3 Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を38.0 mm/minの速度で通過させることにより、32.4 nmの厚みの酸化亜鉛膜を第五層として形成した。【0053】このようにして得られた断熱ガラスの構成を、表7に示す。この断熱ガラスの種々の光学特性を分光光度計を用いて測定した結果を、表8に示した。標準C光源において、可視光線透過率は74.6%と十分に高い値であるにもかかわらず、日射光透過率は40.3%と非常に低い値を示し、効果的に赤外線が遮断されていた。透過色は、a\*b\*表色系で、a\*値が-3.0、b\*値が-2.3とほぼ無色透明であった。赤外線反射膜が形成された側の可視光線反射率は、わずか4.0%と低い値であり、ぎらつきは全くなかった。日射光反射率は39.8%にも達し、非常に効果的に赤外線を反射していることがわかった。反射色は、a\*b\*表色系で、a\*値が-4.6、b\*値が-1.2と緑色を呈していた。赤外線反射膜が形成されていない側の可視光線反射率も、わずか5.3%と低い値であり、ぎらつきは全くなかった。日射光反射率は28.2%にも達していた。反射色は、a\*b\*表色系で、a\*値が-1.5、b\*値が-1.5とやはり全くの無彩色であった。このように、特開昭54-133507号公報に記載されたように二つのAg層の厚みをいずれも11 nm以上になると（第二層の厚みは境界の11.0 nmである）、高い可視光線透過率と赤外線反射率を維持したまま、透過色はほぼ無彩色に調整できるものの、赤外線反射膜が形成された側からの反射色は緑色を呈してしまうことがわかった。【0054】比較例5

金属酸化物膜材料を、本発明で用いる酸化銅ないしは酸化亜鉛から、屈折率の高い酸化チタンとした場合の結果を示す。実施例2と同様のインライン式スパッタリング装置を用いて赤外線反射膜を成膜した。スパッタ室には3つのカソードが用意されている。第1のカソードには金属Tiを、第2のカソードには金属Znを、第3のカソードには金属Agをターゲットとしてセットした。スパッタ室はロータリーポンプ及びクライオポンプで $5 \times 10^{-4}$  Pa以下まで排気した。洗浄した5mm厚の無色透明のフロートガラスを予備排気室に入れて0.3 Pa以下に排気した。そして、ガラス基板をスパッタ室に移した。スパッタ室にArガス50SCCMと酸素ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Tiターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を6 Aに調節した（電圧は約47.0 Vであった）。このターゲットの上を、ガラス基板を50 mm/minの速度で通過させることにより、35.5 nmの厚みの酸化チタン膜を第一層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$  Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3 Paに調節した。Agターゲットが備えられ

37

たカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を1Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を2600nm/minの速度で通過させることにより、9.6nmの厚みのAg膜を第二層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$ Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を0.6Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を7500nm/minの速度で通過させて、1nmの厚みの金属亜鉛膜を形成した。次に、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$ Paまで排気した後、Arガス50SCCMと酸素ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Tiターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を6Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を23mm/minの速度で通過させることにより、75.7nmの厚みの酸化チタン膜を第三層として形成した(但し、1nmの厚みの酸化亜鉛膜が、Ag膜と酸化チタン膜の間に形成されている)。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$ Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Agターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を1Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を3086nm/minの速度で通過させることにより、8.1nmの厚みのAg膜を第四層として形成した。次いで、スパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$ Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を0.6Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を7500nm/minの速度で通過させて、1nmの厚みの金属亜鉛膜を形成した。次にスパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$ Paまで排気した後、Arガス50SCCMと酸素ガス50SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Tiターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を6Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を51mm/minの速度で通過させることにより、34.0nmの厚みの酸化チタン膜を第五層として形成した(但し、1nmの厚みの酸化亜鉛膜が、Ag膜と酸化チタン膜の間に形成されている)。このようにして得られた断熱ガラスの構成を、表5に示す。この断熱ガラスも、特開63-134232号公報に記載された望ましい実施形態を代表するものであって、第二層と第四層のAg層の厚みはどちらも11nm以下に調整されている。

【0055】このようにして得られた断熱ガラスの種々の光学特性を分光光度計を用いて測定した結果を、表8に示した。標準光源において、可視光線透過率は8

38

0.3%と非常に高い値であったが、日射光透過率も59.0%と高い値で、赤外線を遮断する能力が不十分であることがわかった。透過色は「a\*b\*表色系で、a\*値が-1.3、b\*値が-2.7とはほぼ無色透明であった。赤外線反射膜が形成された側の可視光線反射率は、10.6%でやや高い値であり、少しざらつき感があった。日射光反射率は22.4%と実施例に比べ小さい値であった。反射色は、「a\*b\*表色系で、a\*値が-1.7、b\*値が5.1と、やや目立つ黄色を呈していた。赤外線反射膜が形成されていない側の可視光線反射率も、9.1%と実施例に比べてやや高い値であった。日射光反射率も18.1%で、赤外線を遮断する能力は不足していた。反射色は「a\*b\*表色系で、a\*値が1.5、b\*値が-1.5と無色であった。このように、金属酸化物膜として酸化チタン膜を利用した場合、特開63-134232号に基づいて得られる断熱ガラスでは、高い可視光線透過率を高く維持したまま、赤外線反射率を十分に高くすることはできず、また、赤外線反射膜を形成した側の反射色が目立つ黄色を呈してしまうことがわかった。なお、本比較例においては、第四層のAg膜の厚みを11nm以上にしても、赤外線反射率は増えるものの、赤外線反射膜を形成した側の反射色をニュートラルにすることはできず、むしろ、さらに顕著な黄色を呈してしまうことがわかった。

#### 【0056】比較例6

金属酸化物膜材料を、本発明で用いる酸化錫ないしは酸化亜鉛から、屈折率の低い酸化珪素とした場合の結果を示す。実施例2と同様のインライン式スパッタリング装置を用いて赤外線反射膜を成膜した。スパッタ室には3つのカソードが用意されている。第1のカソードは、ロータリーマグネトロン方式のカソードであり、ターゲットとして円筒状に加工された金属Siをセットし、第2のカソードには金属Znを、第3のカソードには金属Agをターゲットとしてセットした。スパッタ室はロータリーポンプ及びクライオポンプで $5 \times 10^{-4}$ Pa以下まで排気した。洗浄した5mm厚の無色透明のフロートガラスを予備排気室に入れて、0.3Pa以下に排気した。そして、ガラス基板をスパッタ室に移した。スパッタ室にArガス20SCCMと酸素ガス80SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Siターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を2Aに調節した(電圧は約350Vであった)。このターゲットの上を、ガラス基板を95nm/minの速度で通過させることにより、35.5nmの厚みの酸化珪素膜を第一層として形成した。次いでスパッタ室を再び $5 \times 10^{-4}$ Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Agターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を1Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を2684nm

m/minの速度で通過させることにより、9.3nmの厚みのA<sub>g</sub>膜を第二層として形成した。次いで、スパッタ室を再び5×10<sup>-4</sup>Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を0.6Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を7500mm/minの速度で通過させて、1nmの厚みの金属亜鉛膜を形成した。次に、スパッタ室を再び5×10<sup>-4</sup>Paまで排気した後、Arガス20SCCMと酸素ガス80SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Siターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を2Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を44nm/minの速度で通過させることにより、76.1nmの厚みの酸化亜鉛膜を第三層として形成した(但し、1nmの厚みの酸化亜鉛膜が、A<sub>g</sub>膜と酸化亜鉛膜の間に形成されている)。次いで、スパッタ室を再び5×10<sup>-4</sup>Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Agターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を1Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を3125mm/minの速度で通過させることにより、8.0nmの厚みのA<sub>g</sub>膜を第四層として形成した。次いで、スパッタ室を再び5×10<sup>-4</sup>Paまで排気した後、Arガス100SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Znターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を0.6Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を7500mm/minの速度で通過させて、1nmの厚みの金属亜鉛膜を形成した。次にスパッタ室を再び5×10<sup>-4</sup>Paまで排気した後、Arガス20SCCMと酸素ガス80SCCMを導入し、圧力を0.3Paに調節した。Siターゲットが備えられたカソードに、直流電源より電力を供給して放電を起こし、電流を2Aに調節した。このターゲットの上を、ガラス基板を98mm/minの速度で通過させることにより、34.6nmの厚みの酸化亜鉛膜を第五層として形成した(但し、1nmの厚みの酸化亜鉛膜が、A<sub>g</sub>膜と酸化チタン膜の間に形成されている)。

【0057】このようにして得られた断熱ガラスの構成を、表7に示す。この断熱ガラスも、特開昭63-134232号公報に記載された望ましい実施形態を代表するものであって、第二層と第四層のA<sub>g</sub>膜の厚みはどちらも11nm以下に調整されている。このようにして得られた断熱ガラスの種々の光学特性を分光光度計を用いて測定した結果を、表8に示した。標準光源を用いて、可視光線透過率は64.4%と十分に高い値に保つことはできなかった。日射光透過率は36.6%と低い値で、赤外線を遮断する能力は優れていることがわか

た。透過色はa\*b\*表色系で、a\*値が-8.4、b\*値が-8.7と顕著な青緑色を呈していた。赤外線反射膜が形成された側の可視光線反射率は14.1%と高い値であり、ざらつき感があつた。日射光反射率は48.0%と高い値であった。反射色はa\*b\*表色系で、a\*値が21.2、b\*値が21.1と、非常に目だつオレンジ色を呈していた。赤外線反射膜が形成されていない側の可視光線反射率は17.3%と非常に高い値であった。日射光反射率は37.1%と非常に高い値に保たれていた。反射色はa\*b\*表色系で、a\*値が14.7、b\*値が19.7とやはり顕著なオレンジ色であった。このように、金属化合物膜として酸化亜鉛膜を利用した場合、特開昭63-134232号に基づいて得られる断熱ガラスでは、赤外線反射率を十分に高くすることはできるものの、高い可視光線透過率を高く維持することから難しく、また、赤外線反射膜を形成した側の反射色が目だつオレンジ色を呈してしまうことがわかった。また、本比較例において、第四層のA<sub>g</sub>膜の厚みを11nm以上としても、可視光線透過率はさらに低下し、赤外線反射膜を形成した側および赤外線反射膜を形成していない側の反射率もさらに高くするとともに、極めて顕著な黄色を呈してしまい、反射色の無彩色化はできないことがわかった。

#### 【0058】比較例7-10

実施例1と比較して、第三層の金属化合物膜(酸化銅膜)の膜厚、第二層のA<sub>g</sub>膜の膜厚、第四層のA<sub>g</sub>膜の膜厚が、それぞれ本発明の限定範囲をはずれた場合の特性を表8にまとめて示す。比較例7は、第三層の酸化銅膜の膜厚が、65nmより薄くなった場合の例であり、その場合は、赤外線反射膜を形成した側および形成していない側の両方の反射色が、極めて鮮やかなオレンジ色になってしまうことがわかる。比較例8は、第三層の酸化銅膜の膜厚が、80nmより厚くなった場合の例であり、その場合は、赤外線反射膜を形成した側の反射色はやや黄色味を呈していた。比較例9は、第二層のA<sub>g</sub>膜の膜厚が、7nmより薄くなった場合の例であり、その場合は、赤外線反射膜を形成した側および形成していない側の両方の反射色が、極めて鮮やかな黄色になってしまうことがわかる。比較例10は、第四層のA<sub>g</sub>膜の膜厚が、14nmより厚くなった場合の例であり、その場合は、赤外線反射膜を形成した側および形成していない側の両方の反射色が、極めて鮮やかなオレンジ色になってしまうことがわかる。

#### 【0059】比較例11

比較例11は、実施例1と比べて、第二層のA<sub>g</sub>膜と第四層のA<sub>g</sub>膜の膜厚の関係が逆転した場合、すなわち第二層のA<sub>g</sub>膜の膜厚を11nm以上14nm以下とし、第四層のA<sub>g</sub>膜の膜厚を7nm以上11nm以下とした場合の例であり、その場合は、赤外線反射膜を形成した

側および形成していない側の両方の反射色が、極めて鮮やかな黄色になってしまうことがわかる。

【0060】

【発明の効果】本発明によれば、十分に高い可視光線の透過率と赤外線反射率を維持しながら、透過色、両側からの反射色のいずれをも、無彩色に調整することが可能になり、建物や車両の窓ガラスとして用いた場合、きわめて自然な見栄えを有する、意匠性に優れた断熱ガラスを実現することができる。透過色及び反射色がいずれも無彩色であるので、上品で高級感のある外観を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例の模式的断面図である。

【図2】本発明の他の実施例の模式的断面図である。

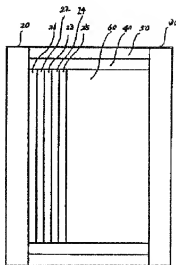
【符号の説明】

10、20、30：透明ガラス基板（フロートガラス）  
11、21：透明金属酸化物膜の第一層  
13、23：透明金属酸化物膜の第二層  
15、25：透明金属酸化物膜の第三層  
12、14、22：24：Ag膜  
40：スペーサー、50：ブチルゴム、60：乾燥空気層

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(51)Int. Cl.<sup>8</sup>

E06B 3/66  
5/00

識別記号

庁内整理番号

B

F I

技術表示箇所

(72)発明者 國定 照房

大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本  
板硝子株式会社内

(72)発明者 荻野 悦男

大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本  
板硝子株式会社内